1. **Introducción:** La medición de nitratos en aguas residuales se hace en mg/L. El método es conocido usualmente con el nombre de Reducción de Cadmio, que es donde los iones de nitrito reaccionan en un medio ácido con ácido sulfánilico para formar una sal diazonium intermedia. La pareja de sal con ácido gentisic forma una solución de coloración ámbar. Los resultados de las pruebas son medidos en 430nm y 500nm.

2. **Objetivo del procedimiento:** Determinar la cantidad de nitratos en las muestras de agua potable, servidas (aguas negras), aguas salinas o de mar; y también comprobar si el cliente cumple con las Normas establecidas por el país, al igual que conocer si toma las medidas pertinentes del caso.

3. **Campo de aplicación:** Lab. de Sistemas Ambientales / CIHH.

4. **Definiciones:**

- **Nitrato:** Compuestos químicos utilizados como fertilizantes en la agricultura. Son una fuente importante de contaminación difusa. En concentraciones altas pueden provocar daños a la salud.
- **Espectrofotómetro:** Instrumento usado en la física óptica que sirve para medir, en función de la longitud de onda, la relación entre valores de una misma magnitud fotométrica relativos a dos haces de radiaciones.
- **Reactivos:** Sustancia que se emplea para descubrir la presencia de otra.
- **Vial:** Tubo de ensayo o frasquito destinado a contener una sustancia, del cual se van extrayendo las dosis convenientes.
- **Blanco:** muestra liquida a analizar; es un control..

5. **Abreviaturas:**

- **NO_3^--N:** Nitratos
- **°C:** Grados Centígrados
- **mL:** mililitro
- **mg/L:** Miligramos por litro
- **hr:** Hora
- **mm:** Milimetro
- **min:** Minuto
- **LSA:** Lab. de Sistemas Ambientales

6. Referencias:

- Adaptación de los Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas y Aguas Residuales, USEPA.
- HACH 8039. Reducción de Cadmio rango 0.3 – 30 mg/L NO_3-N.
- HACH 8171. Reducción de Cadmio rango 0.1 – 10 mg/L NO_3-N.
- Norma Técnica DGNTI-COPANIT 35-2000, Aguas Descargas de efluentes líquidos directamente a cuerpos y masa de aguas superficiales y subterráneas.
- Norma Técnica DGNTI-COPANIT 39-2000, Aguas Descargas de efluentes líquidos directamente a sistemas de recolección de aguas residuales.

7. Equipos y herramientas:

7.1 Equipos y herramientas:

- Viales o tubos de ensayos
- Adaptadores
- Vaso químico
- Espectrofotómetro
- Reactivos
- Guantes

7.2 Equipos y herramientas:

- Bata de Laboratorio
- Mascarilla
- Botas o calzado adecuado

8. Requisitos de las muestras:

- Una vez tomadas las muestras en campo, por un personal idóneo del CIHH, estas deben ser mantenidas en un lugar y ambiente seguro, para que no sufran alteraciones, y ser trasladadas al laboratorio donde se le realizaran las pruebas.
- Dichas muestras, deben ser manejadas con precaución, debido a que si está, no preserva la temperatura a 4ºC, puede alterar la lectura o mediciones de las mismas.

8. **Requisitos de las muestras:**

- Las muestras deben cumplir estrictamente, el procedimiento de Nitratos o Reducción de Cadmio (Método 8039 - 8171), en cuanto a enfriamiento, reposo y mediciones necesarias.
- Para la medición de cada muestra, se debe calibrar el equipo (Espectrofótometro) a 0.00 mg/L de NO_3^--N, y asegurarse que el vial no contiene ninguna huella que pueda afectar la medición o lectura de la muestra.

9. **Descripción o metodología del Procedimiento:**

El analista de pruebas del CIHH, al iniciar la prueba debe tomar las medidas necesarias de seguridad utilizando la vestimenta adecuada (Bata, guantes, mascarilla, calzado), luego procede a revisar, verificar que el equipo y las herramientas para la generación de la prueba este disponible y en buenas condiciones para dar inicio a la prueba de reactivos de nitratos.

- **Procedimiento de Reactivo de Nitratos:**

  1. (HACH 8039. Reducción de Cadmio rango 0.3 – 30 mg/L $N\bar{O}_3$-N, resultados medidos en 430nm)
  2. (HACH 8171. Reducción de Cadmio rango 0.1 – 10 mg/L NO_3-N, resultados medidos en 500nm).

a. Inicialmente el analista de pruebas, revisa y verifica que el espectrofotómetro, se encuentre en buen estado y con todos sus elementos anexos presentes;
b. Luego, procede a seleccionar la programación del mismos, tocando el botón de Hach Programs, para seleccionar el programa el cual puede ser 353 N, nitrato HR (HACH 8171) o 355 N, nitrato HR (HACH 8039); de esta manera, da inicio a la medición en el espectrofotómetro.
c. El analista de pruebas, procede a vertir el líquido en los dos o más viales (las muestras y el blanco que es el agua a analizar), tomando como medida de requisito 10mL del vial.
d. Posteriormente, a los diferentes viales se le añade el contenido de un sobre del reactivo NitraVer 5 (polvo de nitrato), para proceder a tapar y agitarlos aproximadamente por unos 30 segundos, homogenizando uniformemente la sustancia.

9. Descripción o metodología del Procedimiento:

e. Seguidamente, se limpian los viales con papel toalla o se lavan con agua destilada para eliminar las posibles huellas o marcas, que puedan afectar la medición o lectura.

f. El analista de pruebas, programara el reloj interno o temporizador del instrumento a 2 min, como periodo de reacción de la sustancia; si, se necesita hacer una dilución de la muestra, el periodo de reacción es de 10 min.

Nota: Al combinar la muestra con el polvo de nitrato, y este cambiar su color original a ámbar, nos indica la presencia de nitratos en las sustancias a investigar, el cambio de color por lo general ocurre en el periodo de espera de reacción de la sustancia.

g. Una vez, acabado el tiempo de 2 min, el instrumento, mostrara la medición obtenida, la cual el analista de pruebas procederá a anotar la lectura en mg/L de NO_3-N. Para la medición de cada muestra, se debe calibrar el equipo (Espectrofótometro) a 0.00 mg/L de NO_3-N, con la utilización del vial llamado blanco.

h. Finalmente, el analista de prueba, remite los datos tomados de las muestras, a su jefe inmediato y este genera un análisis o informe detallado, el cual remite al director del CIHH, para su revisión y posteriormente este lo revisa, y devuelve al LSA para cualquier corrección y/o envió a la Facultad de Civil al Laboratorio de Sanitaria, estos tramites conllevan copias para su respectivos archivos.

Nota: Normalmente, en el laboratorio se utiliza el procedimiento HACH 8039. Reducción de Cadmio rango 0.3 – 30 mg/L NO_3-N, resultados medidos en 430nm, por ser el rango más amplio y ofrecer mayor cobertura, pero si esto se excede se procede a realizar diluciones

- **Interferencias.**

Interferencias a la sustancia	Nivel de Interferencia y Tratamiento
Cloruro	Las concentraciones arriba de 100 mg/L interfieren en los resultados de la prueba y pueden ser usados para altos niveles de cloruro (agua de mar), debe ser calibrado usando una muestra patrón con una concentración de cloruro conocidas.
Hierro férrico	Todos los niveles.
Nitrito	Todos los niveles. Se compensa de la siguiente manera: 1. Agregando agua de bromo 30g/L, gota a gota en el paso d, hasta eliminar el color amarillo. 2. agregando una gota de solución de fenol 30g/L, hasta destruir el color.
pH	Si existe pH extremos y que se exceda la capacidad de los reactivos requiere un pre-tratamiento.

10. Cálculo de los resultados:

X_0 = Vial Blanco (muestra del agua a analizar)
$X_1 \dots X_n$ = Vial con muestra (Reactivo más agua servida, potable, o salina de mar).
N = Cantidades de veces en la que se mide la misma muestra o vial.
Promedio de la muestra. $X_1 = X_{1.1} + X_{1.2} + \dots + X_{1.N} / N$

11. Seguridad:

Se recomienda utilizar para estas pruebas el equipo de seguridad industrial necesario (Botas, mascara, batas, guantes).
Nota: "Esta Norma no cubre el cumplimiento de las actividades de un laboratorio con relevantes requisitos legales y de seguridad, los cuales no se incluyen en el alcance del laboratorio". Norma 17025.

12. Formatos utilizados. Ninguno

13. Anexos.
- Informes y registro de muestras.

14. Manejo y archivo de procedimientos:

Este procedimiento se debe mantener dentro del Manual de Instrucciones (procedimientos específicos para pruebas o ensayos) del Laboratorio de Sistemas Ambientales del Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas. El mismo será manejado como referencia o consulta al realizar dicha prueba.

Fecha de actualización: 24/10/2005. Documentado por: Ing. Cecibel Torres Molinares. Ofic. de Calidad Institucional. Licdo. Kleveer Espino. Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas (LSA)

Licdo. Alexander Esquivel Coordinador del LSA	Ing. Erick Vallester Director del CIHH